

10/581300

PCT/JP2004/017714

30.11.2004

日本国特許庁

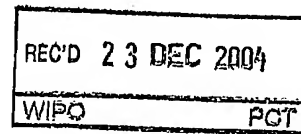
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

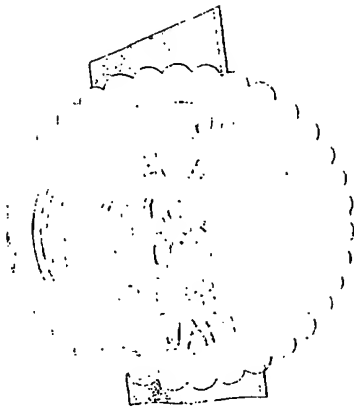
This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日
Date of Application: 2003年12月 1日

出願番号
Application Number: 特願2003-401435
[ST. 10/C]: [JP2003-401435]



出願人
Applicant(s): 信越化学工業株式会社

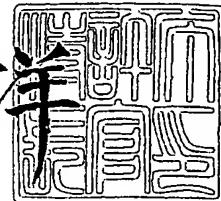


PRIORITY DOCUMENT
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH
RULE 17.1(a) OR (b)

2004年 9月16日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

小川 洋



出証番号 出証特2004-3083799

【書類名】 特許願
【整理番号】 2003-0252
【あて先】 特許庁長官 殿
【国際特許分類】 C03B 37/018
C03B 37/025
【発明者】
【住所又は居所】 茨城県鹿島郡神栖町大字東和田 1 番地 信越化学工業株式会社
精密機能材料研究所内
【氏名】 坂下 光邦
【特許出願人】
【識別番号】 000002060
【氏名又は名称】 信越化学工業株式会社
【代理人】
【識別番号】 100093735
【弁理士】
【氏名又は名称】 荒井 鐘司
【電話番号】 03-3270-0858
【選任した代理人】
【識別番号】 100105429
【弁理士】
【氏名又は名称】 河野 尚孝
【選任した代理人】
【識別番号】 100108143
【弁理士】
【氏名又は名称】 嶋崎 英一郎
【手数料の表示】
【予納台帳番号】 172293
【納付金額】 21,000円
【提出物件の目録】
【物件名】 特許請求の範囲 1
【物件名】 明細書 1
【物件名】 図面 1
【物件名】 要約書 1
【包括委任状番号】 0006623

【書類名】特許請求の範囲

【請求項 1】

ガラス微粒子を軸方向に堆積させて、ドーパントが添加されたコア部と該コア部の外周にあってコア部より屈折率が低いクラッド層（内側クラッド層）を有する多孔質ガラス母材を形成し、透明ガラス化してコアインゴットとし、さらに該コアインゴットを電気炉中で軸方向に加熱延伸してコアロッドを作製し、該コアロッドの外周に外側クラッド層を設けることを特徴とするガラス母材の製造方法。

【請求項 2】

透明ガラス化したコアインゴットの外径が 70 mm 以上である請求項 1 に記載のガラス母材の製造方法。

【請求項 3】

コアインゴット及びコアロッドにおいて、コア部の外径 d と内側クラッド層の外径 D との比 (d/D) が $d/D < 0.25$ である請求項 1 又は 2 に記載のガラス母材の製造方法。

【請求項 4】

コア部の外径 d と内側クラッド層の外径 D との比 (d/D) が $d/D < 0.21$ である請求項 1 又は 2 に記載のガラス母材の製造方法。

【請求項 5】

コアロッドの内側クラッド層の厚さが 1 mm 以上である請求項 1 乃至 4 のいずれかに記載のガラス母材の製造方法。

【請求項 6】

電気炉の断熱材が、灰分 810 ppm 以下のカーボン材で構成されている請求項 1 乃至 5 のいずれかに記載のガラス母材の製造方法。

【請求項 7】

電気炉で延伸したコアロッドの外周部に、ガラスチューブを溶着する請求項 1 乃至 6 のいずれかに記載のガラス母材の製造方法。

【請求項 8】

電気炉で延伸したコアロッドの外周部に、ガラス微粒子を堆積させて多孔質ガラス体を形成した後、透明ガラス化する請求項 1 乃至 7 のいずれかに記載のガラス母材の製造方法。

【請求項 9】

電気炉で延伸したコアロッドの外周部をフッ酸エッチングした後に、ガラス微粒子を堆積させて多孔質ガラス体を形成した後、透明ガラス化する請求項 1 乃至 8 のいずれかに記載のガラス母材の製造方法。

【請求項 10】

請求項 1 乃至 9 のいずれかに記載のガラス母材の製造方法を用いて製造されたものであることを特徴とするガラス母材。

【書類名】明細書

【発明の名称】ガラス母材の製造方法

【技術分野】

【0001】

本発明は、優れた光学特性を有する光ファイバ用プリフォームを高効率・低コストで製造するガラス母材の製造方法に関する。

【背景技術】

【0002】

光ファイバの前駆体である光ファイバ用プリフォームの製造方法の概略を説明すると次のようになる。

第1工程では、VAD(気相軸付け法)によりスート(ガラス微粒子)を堆積させて、軸方向にガラス微粒子堆積体を成長させて多孔質ガラス母材を形成し、これを透明ガラス化してコアインゴットとする。コアインゴットは、図1(b)に示すように、周囲より屈折率の高いコア部1と、コア部1より屈折率の低い内側クラッド層2から構成されている。

【0003】

第2工程では、ガラス旋盤を用いて、酸水素を燃料とするバーナ火炎でコアインゴットを加熱し軟化させて、より細径のコアロッド6に延伸される。

第3工程においては、コアロッド6の外側に、さらにスートを堆積させて内側クラッド層2と屈折率の等しい外側クラッド層3を形成し、脱水後、透明ガラス化して大型ガラス母材が製造される(例えば、特許文献1参照)。製造された大型ガラス母材の断面を図1(a)に示した。

第4工程では、大型ガラス母材を細径に延伸して、光ファイバ用プリフォームが製造される。この第4工程は、場合によっては省略されることもある。

【0004】

上記第1工程では、コア部1と内側クラッド層2が同時に形成される。この外周に第3工程で、内側クラッド層2と屈折率の等しい外側クラッド層3が形成される。なお、第1工程での内側クラッド層2の生成速度と、第3工程での外側クラッド層3の生成速度を比較すると、第3工程での外側クラッド層3の生成速度の方が遥かに大きい。

従って、生産性を上げるためには内側クラッド層2は薄く、外側クラッド層3を厚くするように、製造することが望ましい。

【0005】

光ファイバに光を入射すると、クラッド層にも入射光の一部が染み出すため、光ファイバの伝送損失は、コア部だけでなくクラッド層(内側クラッド層及び外側クラッド層を含む)の純度にも大きく依存し、クラッド層が高純度であるほど伝送損失は小さくなる。このため、光ファイバの前駆体であるプリフォームにおいても、外側クラッド層に比べて、コア部に近い内側クラッド層の純度をより高くしなければならない。

【0006】

光ファイバの伝送損失を低減するには、純度の高い内側クラッド層を厚くするのが有利である。しかしながらこの場合、生成速度の大きい外側クラッド層の割合が小さくなるため、プリフォームの生産工程全体としては生産性が悪化する。

従って、コアロッドの内側クラッド層の厚さを決定するには、上記伝送損失と生産性との関係を考慮しなければならない。

【特許文献1】特開昭60-141634号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0007】

これまでコアインゴットの外径は $\phi 65\text{ mm}$ 程度であったが、さらに生産性の向上が求められ、これまで以上に太径化への傾向が強まっている。

また、線引きして得られる光ファイバーの伝送損失を低減させるためには、純度の高い内側クラッド層を厚くする必要があるが、これもコアインゴットを太径化させる一要因と

して挙げられる。

【0008】

上記理由により、近年ではコアイングットの直径は $\phi 90\text{ mm}$ にまで太径化されており、このような太径のコアイングットを、ガラス旋盤での酸水素火炎による延伸等の加熱加工は、非常に困難が伴う。

例えば、バーナ火炎による加熱延伸加工は熱効率が悪いので、コアイングットを軟化させるのに要するガス量が非常に多くなる。また、多量のガスを使用するため周囲環境に対する熱負荷が大きくなり、装置及び作業員への熱対策に多大の費用と負担がかかる。さらに、コアイングットの表面を高温で長時間加熱するため、コアイングットの一部分が昇華し、コアイングットの延伸前後で特性が大きく変動する。

【0009】

酸水素火炎によるコアイングットの加熱加工は、多量の水分 (H_2O) の発生が伴うため、コアイングットの周囲には常に高温の H_2O が存在し、これが加工中に OH 成分となっており、コアイングット中に拡散する。コアイングット中に拡散する OH 成分は、加熱時間が長いほど、使用するガス量が多いほど多くなり、拡散する深さも深くなる。

コアイングット中に拡散した OH 成分は、線引き後の光ファイバにおいて、特定の波長帯で伝送損失を増大させる。この伝送損失は、コアイングット中に拡散した OH 成分が多いほど、そして拡散する深さが深いほど大きい。

【0010】

本発明は、コアイングットの加熱加工が容易で、伝送損失を増大させる OH 成分が少なく、光学特性に優れたガラス母材の製造方法を提供することを目的としている。

【課題を解決するための手段】

【0011】

本発明のガラス母材の製造方法は、ガラス微粒子を軸方向に堆積させて、ドーパントが添加されたコア部と該コア部の外周にあってコア部より屈折率が低いクラッド層（内側クラッド層）を有する多孔質ガラス母材を形成し、透明ガラス化してコアイングットとし、さらに該コアイングットを電気炉中で軸方向に加熱延伸してコアロッドを作製し、該コアロッドの外周に外側クラッド層を設けることを特徴としており、この方法は、コアイングットの外径が 70 mm 以上の場合に特に好適である。

【0012】

該コアイングット又はコアロッドにおいて、コア部の外径 d と内側クラッド層の外径 D との比 (d/D) を $d/D < 0.25$ 、好ましくは $d/D < 0.21$ とし、コアロッドの内側クラッド層の厚さを 1 mm 以上するのが好ましい。

コアイングットを電気炉で延伸して作製したコアロッドの外周部に、ガラス微粒子を堆積して外側クラッド層となるスート層を形成した後、あるいはガラスチューブを溶着した後、透明ガラス化してガラス母材とされる。なお、電気炉の断熱材には、灰分 810 ppm 以下のカーボン材を使用するのが好ましい。

また、コアロッドの外周部にガラス微粒子を堆積したり、あるいはガラスチューブを溶着する直前に、該コアロッドの外周部をフッ酸エッチングして、クラッド層との界面となる表面の状態を整えてもよい。

【発明の効果】

【0013】

本発明によれば、加熱加工が容易で、伝送損失を増大させる OH 成分の少ないコアイングットが得られ、これを電気炉で延伸してコアロッドとし、その外周部に外側クラッド層を設けることで、光学特性に優れたガラス母材が容易に得られる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0014】

光ファイバに投入された光パワーは、図 2、3 に示すように、コア部だけでなく、その一部は内側クラッド層 2 にまで染み出す。そのため、内側クラッド層 2 の純度が低いと、伝送損失が高くなり、結果として光ファイバの伝送損失が高くなる。なお、図 2 は、光フ

ファイバの屈折率分布を示す模式図であり、図3は、図2の屈折率分布を有する光ファイバ内部の光パワーの強度分布を示すグラフである。

【0015】

コア部1の直径に対して、内側クラッド層2の厚さが薄い場合、染み出した光パワーの一部は外側クラッド層3にまで達する。

通常、外側クラッド層3の純度は、内側クラッド層2よりも低いため、外側クラッド層3にまで光パワーが染み出すことは、伝送損失の大幅な増大を意味する。

コア部1から内側クラッド層2内への光パワー染み出し距離4は、コア部直径との比率で決まるため、コアインゴットの d/D を設計するには、許容される伝送損失の大きさと生産性との両方を勘案して決定する必要がある。

【0016】

このため、コア部の外径 d と内側クラッド層の外径 D との比(d/D)は、 $d/D < 0.25$ 、好ましくは $d/D < 0.21$ とする。 $d/D \geq 0.25$ では、相対的に内側クラッド層の厚さが薄くなり、光パワーの染み出しが大きくなるため好ましくない。

また、使用する電気炉の断熱材には、灰分810ppm以下のカーボン材を使用する。断熱材の灰分が810ppmを超えるとガラス母材に悪影響を与えるため好ましくない。

【実施例1】

【0017】

VAD法により、スート(ガラス微粒子)を軸方向に堆積させてコア部及び内側クラッド層を有する多孔質コア母材を形成し、透明ガラス化して、外径(D)72mm、コア部径(d)17.1mmのコアインゴットを作製した。このコアインゴットの d/D は0.238である。次いで、このコアインゴットを電気炉中で軸方向に加熱延伸して、外径43.9mmのコアロッドを得た。

このコアロッドに外側クラッド層を設けてガラス母材とし、線引きして得た光ファイバの伝送損失を測定したところ、波長1300nmでは0.34dB/kmであり、1385nmでは0.355dB/kmであった。

【0018】

次に、比較例として、実施例1と同様にして、外径(D)65mm、コア部径(d)17.1mmのコアインゴットを作製した。このコアインゴットの d/D は0.263である。次いで、このコアインゴットを電気炉中で軸方向に加熱延伸して、外径39.7mmのコアロッドを得た。

このコアロッドに外側クラッド層を設けてガラス母材とし、線引きして得た光ファイバの伝送損失を測定したところ、波長1300nmでは0.37dB/kmであり、1385nmでは0.38dB/kmであった。

表1に、実施例1と比較例の結果をまとめて示した。なお、これらのデータは、全て同一の電気炉および断熱材を使用して得たものである。

【0019】

コアインゴットの加工は、1600℃以上の高温で行なわれるため、コアインゴット内部へ不純物が侵入・拡散しやすい。従って、実施例1と比較例を比較すると、コアロッドのコア部径は同一であるが、実施例1の方が内側クラッド層が厚いため、コアインゴットの加工時に、不純物が光パワーの分布領域へ到達しにくい。そのため、伝送損失は、実施例1の方が比較例1よりも小さくなる。

【0020】

上述したように、光パワー染み出し距離4は、コア部直径との比率で決まる。すなわち、コア部1の直径が小さければ、光パワー染み出し距離4も小さくなる。従って、内側クラッド層2の厚さをコア部1の直径に対応させて薄くすることができると考えられる。

しかしながら、コアインゴットの加熱加工時には、コアインゴット外部より不純物が侵入・拡散するため、内側クラッド層2と光パワー染み出し距離4との間に、いくらかの余裕が必要である。すなわち、図3に示す光パワー染み出し余裕距離5を、不純物の侵入・拡散距離よりも大きくする必要がある。そこで、内側クラッド層の厚さは1mm以上する

のが好ましく、1 mm未満では、コアインゴットの加熱加工時に侵入する不純物が、光パワー分布領域7に達する。その結果、伝送損失が大きくなるため好ましくない。

【実施例2】

【0021】

実施例1と同様にしてコアインゴットを作製し、さらにコアロッドへ加工した。この実施例では、実施例1よりもさらに内側クラッド層を厚くした。詳細は、表1に示した通りである。

光ファイバ用ガラス母材とするには、さらに外側クラッド層を設ける必要がある。この代表的な方法としてOVD法がある。この方法は、コアロッドの外周にスート（ガラス微粒子）を堆積させ、脱水後、透明ガラス化する方法である。

【0022】

このOVD工程では、酸水素火炎を使用するため、堆積初期にコアロッドは水分(H_2O)を多量に含む燃焼ガスで加熱される。従って、水分(H_2O)が分解され、コアロッド内部にOH成分が侵入する。

コアロッドの光パワー分布領域7にOH成分が存在すると、特定の波長帯(特に1385 nm付近)で伝送損失が増大する。

【0023】

従来は、波長1385 nm付近での伝送損失はあまり問題とされなかったが、近年は、この部分の伝送損失も問題視されるようになった。

従って、この部分の伝送損失を低減するため、光パワー分布領域7にOH成分が到達しない程度にまで内側クラッド層を厚くしなければならない。このこともコアインゴットを太径化させる要因の一つになっている。

この実施例2で得たガラス母材を線引きして光ファイバとし、実施例1及び比較例で得た光ファイバと、伝送損失を比較した(図4参照)。

これより1385 nm付近の伝送損失が大きく低減されていることが確認できる。

【実施例3】

【0024】

実施例2と同様にしてコアインゴットを作製し、さらにコアロッドへ加工した。詳細は、表1に示した通りである。これは、 d/D を実施例2と同じにしたままで、コアインゴットの外径とコア部の外径を大きくした例である。さらに、実施例2と同様にして加工し、ガラス母材とした。

この実施例3で得たガラス母材を線引きして光ファイバとし、実施例2で得た光ファイバと、伝送損失を比較した。

図5に示すように、実施例2と実施例3の光ファイバを比較すると、広範な波長域にわたって伝送損失は殆ど同じであった。

実施例3の方が、コアインゴットの外径が大きく、実施例2よりも生産性が高いことが容易に想像される。

【0025】

次に、コアインゴットを電気炉で延伸した場合の電気炉断熱材の灰分含有率と、延伸されたコアインゴットから得られる光ファイバの伝送損失について説明する。

対象とするコアインゴットは、実施例3で製造したものを使用し、これを線引きして光ファイバとし、伝送損失を測定してその結果を、電気炉に使用した断熱材中の灰分含有率との関係で図6に示した。光ファイバの伝送損失を波長1300 nmで評価した場合、通常使用される光ファイバの伝送損失は、約0.35 dB/km以下であることが必要である。この条件を満たす断熱材中の灰分含有率は、図6から810 PPM以下の範囲となる。

【表 1】

	比較例	実施例 1	実施例 2	実施例 3
コアインゴット径 D (mm)	65	72	82	105
コア部径 d (mm)	17.1	17.1	17.2	22.1
d/D	0.263	0.238	0.210	0.210
コアロッド径 (mm)	39.7	43.9	49.7	63.7
コアロッドのコア部径 (mm)	10.4	10.4	10.4	13.4
コアロッドの内側クラッド層の厚さ (mm)	14.6	16.7	19.6	25.1
伝送損失 (1300nm) [dB/km]	0.37	0.34	0.335	0.34
伝送損失 (1385nm) [dB/km]	0.38	0.355	0.275	0.28
コアインゴットの加工方法	酸水素火炎	電気炉	電気炉	電気炉

【産業上の利用可能性】

【0026】

光ファイバの前駆体である光ファイバ用プリフォームの製造コスト及び伝送損失の低減に寄与する。

【図面の簡単な説明】

【0027】

【図 1】(a), (b)は、それぞれ順に大型ガラス母材およびコアインゴットの断面を示す概略図である。

【図 2】光ファイバの屈折率分布を示す模式図である。

【図 3】図 2 の屈折率分布を有する光ファイバ内部の光パワーの強度分布を示す模式図である。

【図 4】実施例 1, 2 と比較例で得られた光ファイバの伝送損失を比較するグラフである。

【図 5】実施例 2, 3 で得られた光ファイバの伝送損失を比較するグラフである。

【図 6】断熱材の灰分含有率と波長 1300 nm における伝送損失との関係を示すグラフである。

【符号の説明】

【0028】

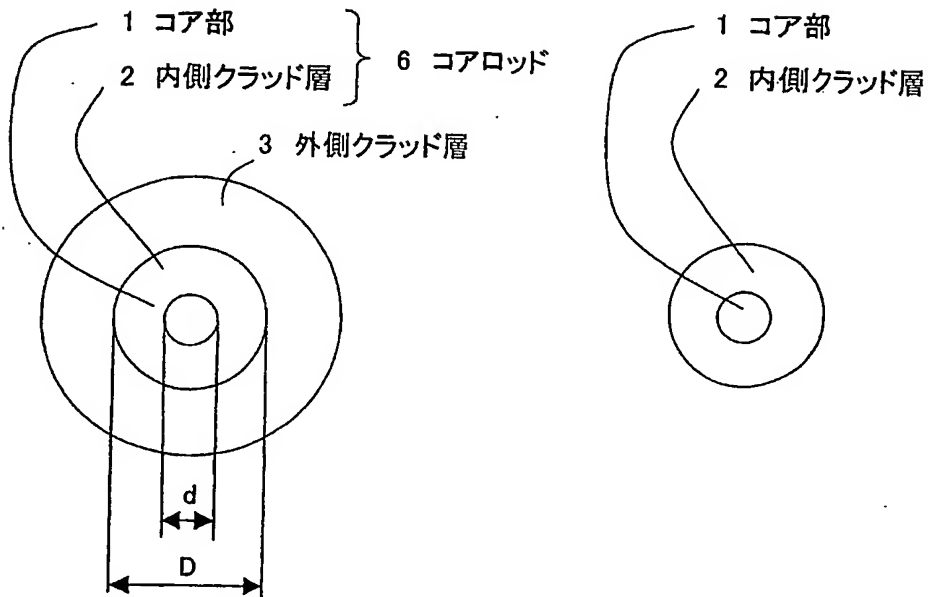
- 1 ……コア部、
- 2 ……内側クラッド層、
- 3 ……外側クラッド層、
- 4 ……光パワー染み出し距離、
- 5 ……光パワー染み出し余裕距離、
- 6 ……コアロッド、
- 7 ……光パワー分布領域。

【書類名】 図面

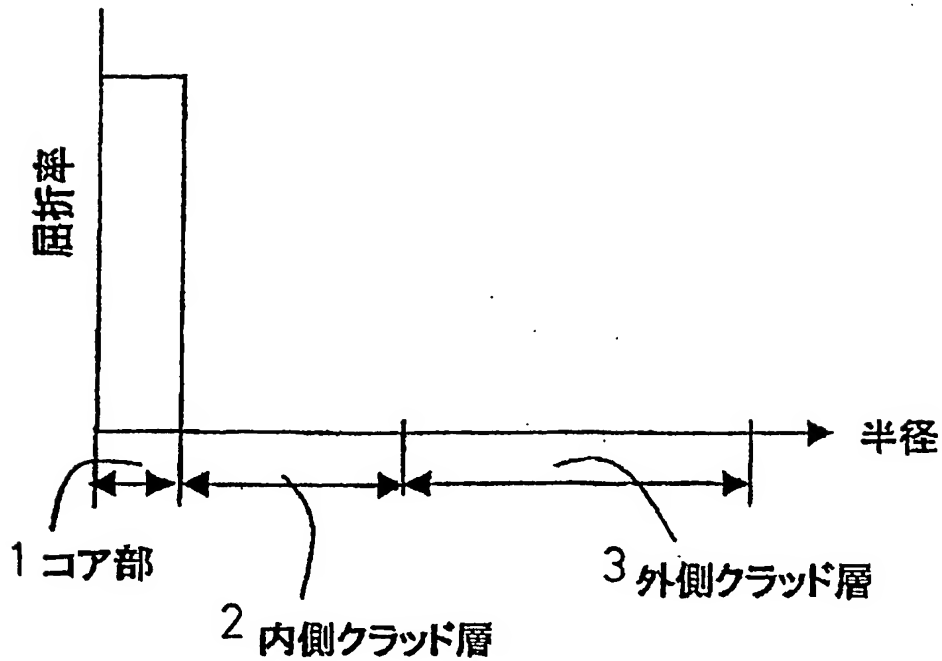
【図 1】

(a)

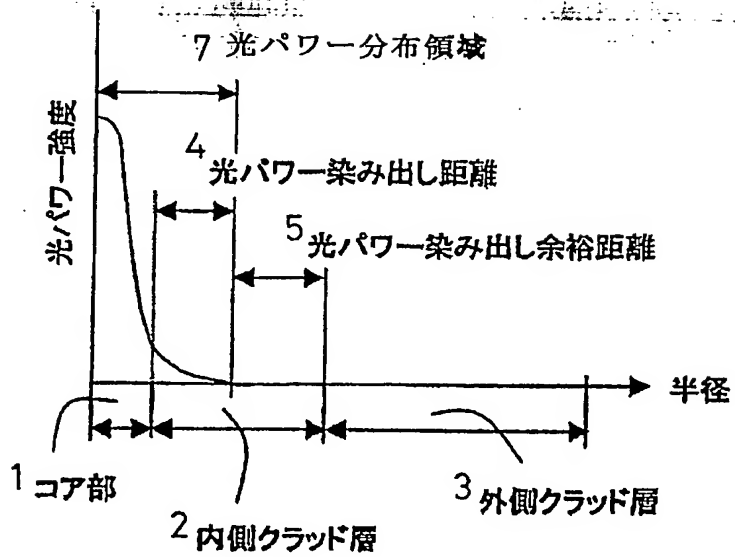
(b)



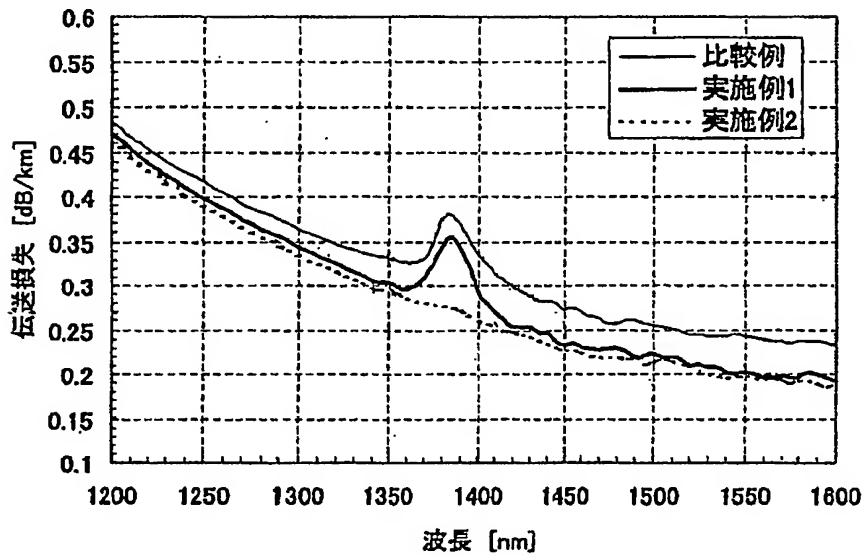
【図 2】



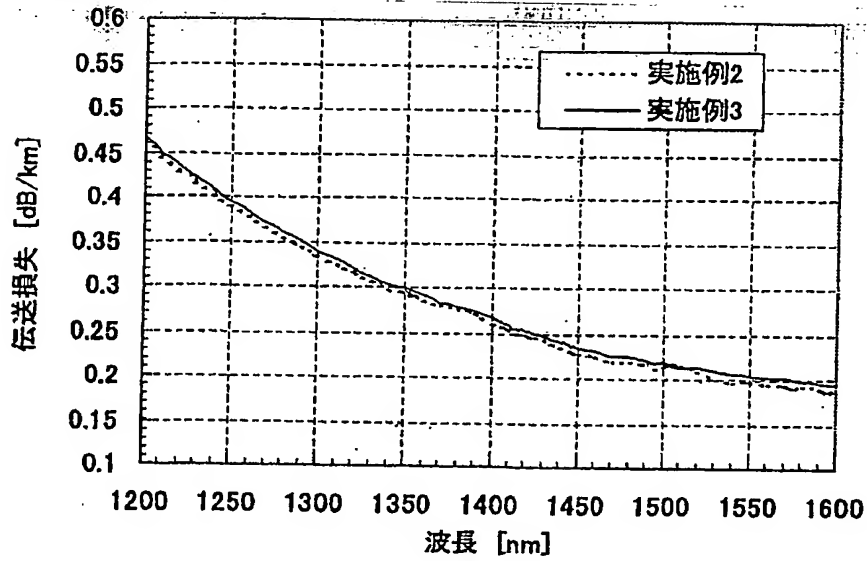
【図3】



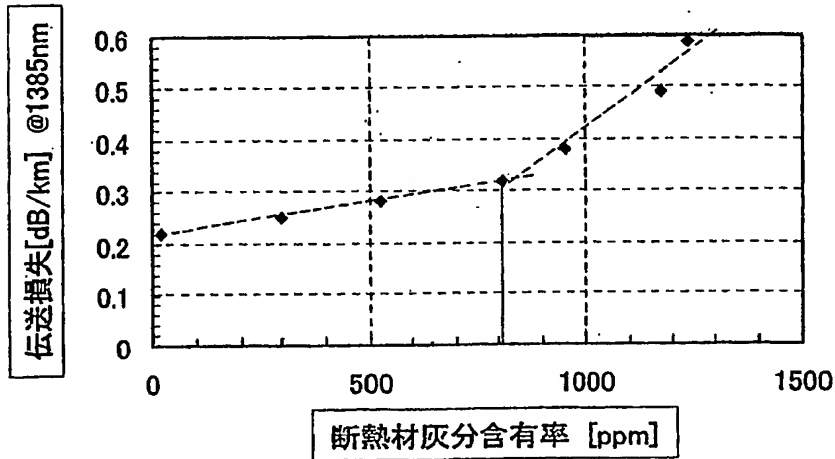
【図4】



【図 5】



【図 6】



【書類名】要約書

【要約】

【課題】 コアインゴットの加熱加工が容易で、伝送損失を増大させるOH成分が少なく、光学特性に優れたガラス母材の製造方法を提供する。

【解決手段】 ガラス微粒子を軸方向に堆積させて、ドーパントが添加されたコア部と該コア部の外周にあってコア部より屈折率が低いクラッド層（内側クラッド層）を有する多孔質ガラス母材を形成し、透明ガラス化してコアインゴットとし、さらに該コアインゴットを電気炉中で軸方向に加熱延伸してコアロッドを作製し、該コアロッドの外周に外側クラッド層を設けることを特徴としている。

【選択図】 なし

認定・付加情報

特許出願の番号	特願 2003-401435
受付番号	50301976414
書類名	特許願
担当官	第五担当上席 0094
作成日	平成15年12月 2日

<認定情報・付加情報>

【提出日】 平成15年12月 1日

特願 2003-401435

出願人履歴情報

識別番号

[000002060]

1. 変更年月日

1990年 8月22日

[変更理由]

新規登録

住所

東京都千代田区大手町二丁目6番1号

氏名

信越化学工業株式会社